

**POLY\*METHAPHENYLENE ISOPHTHALAMIDE\* MOLDING COMPOSITION**

**Patent number:** JP55131024  
**Publication date:** 1980-10-11  
**Inventor:** KAARU HAADEINGU MANUIRAA  
**Applicant:** DU PONT  
**Classification:**  
- **international:** C08K3/00; C08K3/00; (IPC1-7): C08J3/14; C08J3/20; C08L77/10  
- **european:** C08K3/00P5  
**Application number:** JP19800039159 19800328  
**Priority number(s):** US19790025565 19790330

**Also published as:**

US4243574 (A1)  
NL8001853 (A)  
FR2452511 (A1)  
DE3012235 (A1)  
IT1140791 (B)

**Report a data error here**

Abstract not available for JP55131024

Abstract of corresponding document: **US4243574**

Poly(meta-phenylene isophthalamide) comprising encapsulated filler, a process for the preparation of these compositions by addition of the filler to the polymer solution before precipitation, and molded articles prepared from these materials characterized by increased strength at equal filler loadings.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

**BEST AVAILABLE COPY**

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—131024

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 08 J 3/14  
C 08 L 77/10  
// C 08 J 3/20

識別記号

庁内整理番号  
6681—4F  
7019—4J  
6681—4F

⑭ 公開 昭和55年(1980)10月11日

発明の数 3  
審査請求 未請求

(全 9 頁)

⑮ ポリ(メタフェニレンイソフタルアミド)成  
形組成物

アメリカ合衆国デラウェア州19  
808ウイルミントン・ハイドラ  
ンドライブ616

⑯ 特 願 昭55—39159

⑰ 出 願 人 イー・アイ・デュボン・デ・ニ

⑱ 出 願 昭55(1980)3月28日

モアス・アンド・カンパニー

優先権主張 ⑲ 1979年3月30日 ⑳ 米国(US)

アメリカ合衆国デラウェア州ウ

㉑ 25565

イルミントン・マーケットスト

㉒ 発 明 者 カール・ハーディング・マンウ  
イラー

リート1007

㉓ 代 理 人 弁理士 小田島平吉 外1名

明 細 書

1 [ 発 明 の 名 称 ]

ポリ(メタフェニレンイソフタルアミド)  
成形組成物

2 [ 特 許 請 求 の 範 囲 ]

- 1 予備成形物へと圧縮したときに約1.0～1.8  
g/cm<sup>3</sup>の密度と焼結したときに少なくとも約1.24  
g/cm<sup>3</sup>の密度を有するポリ(メタ-フェニレンイ  
ソフタルアミド)および、組成物の全重量に基づ  
いて、約1～7.5重量%の微粒子状添加剤から成  
り、添加剤はポリ(メタ-フェニレンイソフタル  
アミド)の沈殿の間に既に存在せしめてあること  
を特徴とする、融合性で且つ緻密化可能な粉末。
- 2 微粒子状添加剤は組成物の約1.2～6.0重量  
%を占める特許請求の範囲第1項記載の組成物。
- 3 微粒子状添加剤は金属、金属酸化物、黒鉛、  
二硫化モリブデン、ポリテトラフルオロエチレン

および粘土から成るグループより選択する、特許  
請求の範囲第1項記載の組成物。

4 添加剤は本質的に黒鉛から成る特許請求の範  
囲第8項記載の組成物。

5 添加剤は本質的に二硫化モリブデンから成る  
特許請求の範囲第8項記載の組成物。

6 溶液の全重量に基づいて、約0.5～5.0重量  
%のポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)  
およびジメチルホルムアミドとジメチルアセトア  
ミドから成るグループより選択した溶剤から成る  
溶液を水と接触させてスラリーを形成せしめ；ス  
ラリーを攪拌し；且つ然るのち、スラリーを尹過  
してポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)  
の固体粒子を回収することによる該溶液からのポ  
リ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の融合  
性で且つ緻密化可能な粉末の製造方法において、  
ポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の溶

液に対して、溶液を水と接触させて重合体を沈殿させる以前に、ポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)と添加剤の合計重量に基づいて、約1~75%の添加剤を添加することを特徴とする方法。

7 添加剤は金属、金属酸化物、黒鉛、二硫化モリブデン、ポリテトラフルオロエチレン、および粘土から成るグループより選択する特許請求の範囲第6項記載の方法。

8 添加剤は本質的に黒鉛から成る特許請求の範囲第7項記載の方法。

9 添加剤は本質的に二硫化モリブデンから成る特許請求の範囲第7項記載の方法。

10 組成物の全重量に基づいて、約1~75重量%の微粒子状添加剤を含有するポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の融合性で且つ緻密化可能な粉末に少なくとも10,000 psiの成形圧

-5-

およびクラツテ面の形態において、これらの重合体を有用ならしめている。これらの重合体は、しばしば、融合性の粉末の形態で製造される。粉末は成形方法によつて所望の最終形態に成形してもよいし、あるいは、たとえば棒、管または板のような材料形態に成形し、それを所望の最終形態へと機械加工してもよい。

最終形態または所望の形態へと加工する前にポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)組成物中に充てん剤を配合することが、しばしば、望ましいことがある。たとえば、軸受表面とするために粉末中に黒鉛を混入すると、潤滑効果が生じ、それが耐摩耗性を向上させる。このような添加剤は、材料形態または最終成形製品に加工する以前に、融合可能なポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)粉末と混合することによつて、予め配合しておく。しかしながら、このような添加剤の

-5-

特開昭55-131024(2)

力を加えることにより圧縮して少なくとも約1.8 g/cm<sup>3</sup>の密度を有する予備成形物を与え、且つ約250~850℃の温度に加熱することによつて予備成形物を焼結して成形製品とすることにより製造し、該添加剤はポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の沈殿の間に既に存在せしめてあることを特徴とする、本質的に、少なくとも1.24 g/cm<sup>3</sup>の密度を有するポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の融合性で且つ緻密化可能な固体粒子から成る成形製品。

#### 8〔発明の詳細な説明〕

ポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)は、広範囲の工業的な用途において有用である。応力下および高温下のこれらの重合体の優れた性能特性は、軸受け筒、シール、電気絶縁物、圧縮機翼および羽根、ピストンおよびピストンリング、ギヤ、ねじ山ガイド、カム、ブレーキライニングお

-4-

使用は、従来は、最終加工製品において機械的強度の過度の低下を伴なつた。それ故、成形製品の物理的性質が低下することなしに従来可能であつたよりも高い添加剤濃度を有する融合性のポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)材料の提供が要望されている。

本発明は、異常に高い充填剤濃度を有する融合性のポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)粉末、これらの融合性粉末の製造方法およびそれから製造した成形製品を提供するものである。

更に詳細には、本発明は、本質的に、予備成形物に圧縮したときに約1.0~1.80 g/cm<sup>3</sup>の密度と焼結したときに少なくとも約1.24 g/cm<sup>3</sup>の密度を有するポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の融合性且つ緻密化可能な粉末および組成物の全重量に基づいて約1~75重量パーセントの微粒子状の添加剤から成り、該添加剤はポリ

-6-

(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の沈殿の間に存在せしめてあることを特徴とする組成物を提供する。

本発明は更に、ジメチルホルムアミドおよびジメチルアセトアミドから成るグループより選択した溶剤中の、溶液の全重量に基づいて、約0.5〜5.0重量パーセントのポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の溶液を水と接触させてスラリーを形成させ、そのスラリーをかきまぜ、然るのち、そのスラリーを戸通してポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の固体粒子を回収することにより該溶液からポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の融合性で且つ緻密化可能な粒子を製造するための方法における改良を提供するが、この改良は、ポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の溶液を水と接触させて重合体を沈殿させる前に、その溶液に対して、ポリ(メタ-フェ

-7-

ニレンイソフタルアミド)と添加剤の合計重量に基づいて、約1〜75パーセントの微粒子状添加剤を添加することを特徴とする。

本発明は更に、本質的に、上記の融合性で且つ緻密化可能な粉末に少なくとも10,000 psi (69 MPa)の成形圧力を加えることによつて圧縮して少なくとも約1.0 g/cm<sup>3</sup>の密度を有する予備成形物を与え、次いでその予備成形物を約250〜850℃の温度に加熱することによつて焼結して成形製品とすることにより製造した、少なくとも1.24 g/cm<sup>3</sup>の密度を有するポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の融合し且つ緻密化した固体粒子から成る成形製品を提供する。

本発明は、ポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)への変性充填剤の添加は、沈殿および重合体粒子の生成の以前に充填剤を重合体の溶液に加えるときには、著るしく効果が大きくなるとい

-8-

う発見に基づいている。

本発明において使用するポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の製造方法は、この分野で従来から用いられており、且つたとえば、参考としてここに挙げるターンバール(Turnbull)のアメリカ合衆国特許3,965,286号中に記されている方法と同一のものとすることができる。この特許に示されているように、ポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)の融合性の粉末は、たとえばジメチルアセトアミドのような溶剤中の重合体の溶液から製造される。すなわち、先ず溶液を、たとえば水のような沈殿剤と混合して、重合体のスラリーを生じさせる。次いでスラリーを戸通し、洗浄したのち乾燥して戸通ケーキとし、それを粉碎し且つ所望の粒径にふるう。

本発明によれば、沈殿前に重合体溶液に添加することによつて、望ましい微粒子状の添加剤を配

合する。本発明においては、たとえば、細かく粉碎した金属、金属酸化物、鉱物類、炭化珪素やダイヤモンドのような研磨材料、黒鉛、ガラス、二硫化モリブデン、氷晶石、窒化ホウ素、硫化鉄、粘土、雲母、ひる石、カオリン、たとえばポリテトラフルオロエチレンのような他の微粒子状重合体、および上記の材料の任意の混合物を包含する、広く異なる充填剤材料すなわち添加剤を、使用することができる。添加剤の粒径は本発明の限定的な局面ではなく、その添加剤について意図する目的によつて異なる。

添加剤は、それを重合体溶液全体に均一に分散させるために通する剪断力を有する任意の常用の混合装置を用いて、配合する。本発明の好適実施形態においては、この重合体に対する通常の沈殿剤である水を、溶液からの重合体の沈殿に必要な量よりも少ない量で、添加剤の混合以前に、重合

-10-

-9-

体溶液に加える。このような量は、いうまでもなく、当該溶液によつて異なるが、一般には約20パーセントまたはそれ以下である。

充填剤は約1〜75パーセントの量で加える。1よりも少ない充填剤では、望ましい結果は得られず、また75パーセントを超える量の充填剤は、本発明によつて生ずる最終製品の品質を低下させる傾向がある。微粒子状の添加剤は、重合体と充填剤の合計重量の約12〜60重量パーセントを占めることが好ましい。これらのポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)粉末の製造において使用することができる多くの充填剤の中で、金属、金属酸化物、黒鉛、二硫化モリブデン、ポリテトラフルオロエチレンおよび粘土が、本発明において特に好適である。黒鉛は、融合性の樹脂粒子から製造した最終製品に対するその潤滑効果の故に、特に好適である。

-11-

体と充填剤の間の均一性を表わす。この均一性は、充填剤と重合体の共沈殿によつて生ずる重合体による充填剤粒子の部分的または完全な被覆に基づく。この被覆は、成形製品へと融合および緻密化する粉末の能力を害することなく、従来よりも著るしく多量の添加剤の配合を可能とする。添加剤、特に黒鉛の乾式混合においては、添加剤は樹脂粒子の表面に付着する傾向があり、融合を妨害して最終成形製品に物理的性質の低下をもたらす。

既に公知であるものと比較したときの本発明の組成物の更に他の利点は、向上した加工性である。本発明の粒子は良好な粉末流動性を与え、自動加工装置を使用して容易に取扱うことができる。重合体中に被覆されている添加剤は、乾式混合の場合にしばしば生ずる困難な問題である重合体粒子から分離する傾向を何ら示すことがない。

本発明の製品を製造するための方法は、原材料

-13-

充填剤材料の添加後に、ポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)溶液を、これらの粉末の製造において既に用いられている手順に従つて、沈殿剤と接触させ、戸越し、洗浄し、乾燥し且つ粉碎する。大部分の場合に、溶液を水に加える。しかしながら、重合体溶液を水またはその他の重合体に対する非溶剤に添加する代りとして、重合体溶液に沈殿剤を攪拌しながら急速に加えることもでき、あるいは、充填剤を伴う重合体溶液流を強い力かきまぜと共に沈殿剤流と混合することもできる。沈殿した重合体における特に良好な流動特性は、沈殿剤を約10〜80℃の温度に保つときに得られる。

本発明の微粒子状の融合性粉末は、この分野で既に公知のポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)と充填剤の乾燥混合物とは、著るしく異なる。本発明の粉末は、従来達成されなかつた重合

-12-

と処理装置の両者の効率的な使用によつて、生産性の向上を可能とする。加工の間の分離による充填剤の損失および充填剤粒子の混合装置への付着が実質的に除かれる。その上、重合体溶液中における添加剤の存在によつて、樹脂粒子の沈殿に対して必要な水の量が少なくなる。この工程に必要な水量の減少は、溶剤の回収を、より迅速且つ経済的とし、それによつて再循環費用の節約が50パーセントまでに達する。乾燥混合装置の排除によつて、更に余分の効率化が達成される。

本発明の重合体粒子から製造した成形製品は、向上した物理的性質を示す。これらの物理的性質としては、たとえば匹敵する黒鉛配合量における強度の増大がある。その上、本発明の組成物から製造した成形製品は、加工部品の寸法安定性を決定するものとして第一に重要な特性である、水の吸収に対する優れた抵抗性を表わす。

-14-

本発明を以下の特定のな実施例によつて更に例証する。これらの実施例においては、ポリ(メタ-フェニレンイソフタルアミド)は、スウィーニー(Sweeney)のアメリカ合衆国特許3,287,824号に記されている方法に従つて製造する。重合体を最初にN,N-ジメチルアセトアミド溶剤中の19%の重合体と9%の塩化カルシウムの公称濃度を有する溶液として取得する。これらの実施例において、この溶液を基礎樹脂溶液と呼ぶ。

#### 比較実施例 A~C

基礎樹脂溶液をジメチルアセトアミドによつて更に希釈して、重合体濃度を2.7重量%とする。この希釈した基礎樹脂溶液と水沈殿剤の両液流を同時に乱流混合区域中に送入して、そこで重合体を沈殿させる。両液流の比率は、最終液相が38重量%のジメチルアセトアミドを含有するようなものとする。戸過によつて重合体を回収し、ジメ

-15-

第 1 表 a)

実施例	充 填 剤 種類/重量%	引 張 強 さ (psi/MPa)	伸 び (%)
A	なし	17,500/121	4.8
B	黒鉛/12	9,400/64.8	2.9
C	PTFE <sup>b)</sup> /12	9,800/64.1	2.8

a) ベスベル(Vespel®) パーツ プレチン

E-06470、イー・アイ・デュポン・ド・

ネモアズ・アンド・カンパニーからの数値

b) ポリテトラフルオロエチレン

#### 実 施 例 1~4

基礎樹脂溶液をジメチルアセトアミドで希釈し、次いで充填剤を混入することによつて、希釈樹脂溶液中の充填剤粒子の懸濁液を調製する。このようにして、基礎樹脂溶液をジメチルアセトアミドで希釈し且つ黒鉛と混合することによつて、2.7重量%の樹脂および樹脂製品中に12%の配合量

-17-

チルアセトアミドの含量が0.1重量%よりも低くなるまで、その重合体を数回水中に再懸濁することによつて洗浄して、ジメチルアセトアミドを除く。次いで重合体を循環空気乾燥器中で180℃において終夜乾燥する。乾燥した重合体を次いで粉砕して85メッシュのアメリカ合衆国標準ふるいを用いてふるうことによつて、成形用樹脂とする。加工前に充填剤を成形用樹脂と乾式混合する。アメリカ合衆国特許3,925,828号に記す方法を用いて成形した8組成物の典型的な性質を第1表に示す。予備成形物を44,000 psi (308 MPa)の圧力を使用して圧縮し、240℃で終夜乾燥し、80分間かけて800℃まで加熱し且つ800℃において窒素雰囲気下に1.5時間焼結する。

-16-

を与えるために充分な量の黒鉛を含有する溶液を調製する。この懸濁液を、混合機中で低速乃至中速で攪拌されている沈殿剤溶液に、典型的には約15ml/分の添加速度で、添加する。生成物をプフナー漏斗上の戸過によつて回収する。溶剤浸潤ケーヤをゴム製歯科用ダムを用いて絞つたのち、混合機中で水を用いて8回スラリー化を繰返す。絞つたケーヤを真空乾燥器中で200℃で終夜乾燥したのち、試験のために混合機中で粉末状とする。この粉末を最初に60,000 psi (414 MPa)で圧縮し、次いで窒素雰囲気中で800℃において1.5時間、自由状態で焼結することにより、ASTM E8に規定するような棒状の引張試験片に成形する。

#### 実 施 例 5~8

ジメチルアセトアミドを沈殿剤溶液中に含有させるほかは、実施例1~4の全般的な手順を繰返

-18-

す。

実施例 9~14

基礎樹脂溶液の希釈において水をも使用する場合は、実施例1~4の全般的手順を繰返す。

実施例 15~21

懸濁させた充填剤粒子を含有する希釈した基礎樹脂溶液を混合機中で低速乃至中速で攪拌し且つ水沈炭剤を急速に一度に加える。生成物の回収と評価は実施例1~4と同様にする。

実施例1~21に対する重合体溶液、沈炭剤溶液および成形製品の性質を、下記第2表に要約する。

-19-

a) "セライト(Celite)"は、ジョンズマンビル社(Johns-Manville Corporation)の登録商標である。

-21-

第 2 表重合体溶液

実施例	濃度 (重量%)	充填剤/重量%	量 (ml)
1	2.7	黒鉛/12	200
2	2.7	PTFE/12	200
3	2.7	黒鉛/80	250
4	2.7	MoS <sub>2</sub> /60	250
5	2.7	黒鉛/12	200
6	2.7	黒鉛/80	250
7	2.7	黒鉛/80	250
8	2.7	黒鉛/12	250
9	2.7	PTFE/12	250
10	2.9	PTFE/12	250
11	2.9	PTFE/12	250
12	2.9	黒鉛/80	250
13	2.9	黒鉛/80	250
14	2.7	黒鉛/60	250
15	2.7	黒鉛/80	250
16	2.7	"セライト" <sup>a)</sup> 545/80	250
17	2.7	MoS <sub>2</sub> /50	300
18	2.7	MoS <sub>2</sub> /40	300
19	2.7	MoS <sub>2</sub> /30	300
20	2.7	粘土/80	250
21	2.7	粘土/80	250

-20-

沈炭剤溶液

実施例	量(ml)	初期温度(℃)
1	300	90
2	250	90
3	125	28
4	150	28
5	300(a)	50
6	300(b)	28
7	300(c)	28
8	300(d)	28
9	100	28
10	150	28
11	125	28
12	125	28
13	110	約0
14	120	28
15	125	28
16	300	28
17	500	28
18	500	28
19	500	28
20	300	28
21	300	28

(a) 84% H<sub>2</sub>O, 16% ジメチルアセトアミド(b) 65% H<sub>2</sub>O, 35% ジメチルアセトアミド(c) 60% H<sub>2</sub>O, 40% ジメチルアセトアミド(d) 75% H<sub>2</sub>O, 25% ジメチルアセトアミド

-22-

## 実施例 22

基礎樹脂溶液(188ポンド、298kg)を、ジメチルアセトアミド(750ポンド、1658kg)および水(118ポンド、298kg)によつて希釈して、2.7重量%の重合体を含有する希釈重合体溶液を与える。この希釈した重合体溶液中に、デイクソンの“エアスパン”黒鉛(8.5ポンド、7.72kg)を混入する。希釈した重合体溶液と水沈炭素を同時に乱流混合区域中へ送入すると、そこで重合体が沈殿する。両流の比率は、最終液相が45重量%のジメチルアセトアミドを含有するようなものとする。戸過によつて重合体を回収し、重合体を数回水中に再懸濁することによつて実質的にジメチルアセトアミドを含有しなくなるまで洗浄し、次いで循環空気乾燥器中で180℃にかいて終夜乾燥する。乾燥した重合体を粉碎し、85メッシュのアメリカ標準ふるいを通してふ

-24-

## 成形製品性質

実施例	引張強さ (psi/MPa)	伸び (%)
1	16,900/117	8.4
2	21,500/148	5.6
8	18,900/95.8	2.7
4	14,800/102	2.0
5	17,600/121	4.0
6	15,100/104	2.9
7	15,600/108	2.8
8	18,000/124	4.0
9	19,100/125	5.0
10	15,500/107	4.8
11	18,400/92.4	8.2
12	17,400/120	8.6
18	17,700/122	8.8
14	12,600/86.9	1.5
15	14,400/99.8	2.8
16	12,000/82.7	8.1
17	14,500/100	2.1
18	16,800/112	2.8
19	17,200/119	8.9
20	17,200/119	8.1
21	11,600/80.0	1.6

-23-

るつて、成形用の樹脂を取得する。重合体を実施例1~4の手順に従つて試験片に成形し且つ試験する。12重量%の黒鉛を含有する成形製品は、16,500 psi(114 MPa)の引張強さ、4.5%の伸びおよび1.884 g/cm<sup>3</sup>の焼結密度を有することが認められる。

## 実施例 28

生成物の沈殿の前に、希釈重合体溶液に対して、黒鉛の代りにデュボンのDLX-6000フッ素樹脂粉末(8.5ポンド、7.72kg)を混入する場合は、実施例22の全般的手順を繰返す。12重量%のフッ素樹脂を含有する生成物は、18,700 psi(94.5 MPa)の引張強さ、8.2%の伸びおよび1.877 g/cm<sup>3</sup>の焼結密度を有することが示される。

## 実施例 25および比較実施例 D

実施例25および比較実施例Dにおいては、

80%の被覆した黒鉛を含有する本発明の組成物と乾式混合によつて配合した12重量%の黒鉛を含有する従来の技術による組成物の間で、一連の比較を行なつた。各組成物の試料を、予備成形操作のために、異なる4圧縮圧力で成形した。これらの圧力は下記に示すとおりである：

A. 15,000 psi/108 MPa

B. 80,000 psi/207 MPa

C. 45,000 psi/810 MPa

D. 60,000 psi/414 MPa

予備成形後に、窒素雰囲気中で800℃にかいて1.5時間の焼結サイクルを行なつた。生成する成形製品を評価し、その試験結果を第8表に要約する。

-26-

-25-



第 8 表

	予備成形 圧 力	比較実施例 D (12%の黒鉛)	実施例 25 (80%の被 覆した黒鉛)
引張強さ (psi/MPa)	A	5500/379	11400/786
	B	6900/476	12900/889
	C	8500/587	18200/910
	D	9100/627	12500/861
伸び (%)	A	1.5	1.9
	B	1.5	2.8
	C	1.9	2.1
	D	2.2	2.0
密度 (g/cc)	A	1.815	1.471
	B	1.855	1.495
	C	1.875	1.496
	D	1.877	1.494
収縮(幅) (%)	A	6.2	4.7
	B	8.4	2.4
	C	8.0	1.6
	D	2.8	1.4
収縮(長さ) (%)	A	7.8	5.4
	B	4.9	8.4
	C	4.2	2.8
	D	4.0	2.4

-27-

第 4 表

時間	2.4	8.8	10.6	16.6	20.0
比較 実施例 E	1.90	6.81	9.82	10.12	10.41
実施例 26	0.22	0.92	1.78	2.25	2.50
実施例 27	0.18	0.78	1.47	1.90	2.12
実施例 28					

基礎樹脂溶液をジメチルアセトアミドと水で希釈することによって、2.7%の重合体と15%の水を含有する溶液とする。この溶液に対して、重合体に基づいて12重量%となるような量で、黒鉛を加える。この懸濁液(250ml)を混合機中で穏やかに攪拌した室温の水(140ml)に加える。濾過、水洗および200℃における乾燥によって取得した回収生成物を、混合機中で自由流動性の粉末状に切断する。標準の150エメリーグリット(ASTM B218.48)で校正したオリ

-29-

本発明の被覆した組成物は、より高い充填割合において、より優れた性質を表わし、且つより広い範囲の圧縮圧力にわたって性質の変動がより小さい。

## 実施例 26~27および比較実施例 E

実施例 26および27においては、実施例 22および28の重合体と添加剤の混合物を、吸水性の試験のための円盤に成形した。比較実施例 Eに対しては、比較実施例 Bの樹脂混合物を使用した。直径1インチ(25.4mm)、厚さ0.25インチ(6.25mm)の円盤を成形して、室温で水中に浸漬した。第4表に示す間隔で重量増加を測定した。本発明の成形組成物による低速の水の吸収は、これらの樹脂から製造した部品を種々の湿度の空気に暴した場合の寸法安定性に貢献する。

-28-

フィスを通して5ccの樹脂を流動させることによつて62秒の一定量流動時間を測定する。流動は25ccの容量を基準にして表わす。この組成物の引張強さおよび伸びは17,600 psi(121 MPa)および5.8%であることが認められる。

## 実施例 29

基礎樹脂溶液をメタノールで希釈して、2.7%の重合体を含有する溶液とする。この溶液に、重合体に基づいて80重量%となるような量で黒鉛を加える。この溶液(211ml)を、混合機中の適度に攪拌したメタノール(890ml)に対して約1分間で加える。液体中のジメチルアセトアミドの濃度は約88重量%である。生成物を、濾過、メタノールによる洗浄、真空乾燥器中における200℃での終夜の乾燥および混合機中の切断によつて回収する。粉末に対する流動時間は185秒、その見掛けの密度は0.178/g/cc、その成形

-30-

物における引張強さおよび伸びは17,800 psi

(128 MPa)および4.8%である。

#### 実施例 80~82

基礎樹脂溶液をジメチルアセトアミドと水によつて希釈して、2.7%の重合体と15%の水を含有する溶液とする。この溶液に、重合体に対して80重量%となる量で黒鉛を加える。この懸濁液(250 ml)を、混合機中で適度に攪拌した水(200 ml)に加える。水沈剤は第5表に示すように実施例80、81および82中で異なる初期温度に保つ。これらの実験において、溶液中のジメチルアセトアミドの濃度は45重量%である。重合体を回収し且つ評価した結果を第5表に要約する。

第 5 表

実施例	沈殿温度(℃)		粉末 流動 (秒)	粉末 粘度 (g/cc)	引張強さ (psi/MPa)	伸び (%)
	初期	最終				
80	10	82	67	0.35	6000/414	0.9
81	20	40	75	0.27	11500/798	2.0
82	80	47	120	0.20	18900/959	2.5

特許出願人 イー・アイ・デュポン・デ・ニモアス・アンド・カンパニー

代理人 弁理士 小田島 平 吉

外 1 名

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**